

- (10) The Japanese Patent Office  
Patent Publication
- (11) Publication No. 45-35070
- (44) Publication date: November 10, 1970
- (54) entitled: A method of separating a polyarylene ether from  
a toluene solution
- (21) Japanese Patent Application No. 40-69988
- (22) Filing date: November 16, 1965  
Priority claimed: (32) November 19, 1964 (33) NL  
(31) 6413440
- (72) Inventor(s): Gian A. Maizis, et al
- (71) Applicant: An Der Zekings Institute Research N.V.

Claim:

1. A method of separating a polyarylene ether, comprising the steps of adding a precipitant to a toluene solution of a polyarylene ether, separating the precipitated polyarylene ether from the liquid, and recovering the precipitant from the liquid from which the precipitated polyarylene ether has been separated for recycling, wherein the precipitant used is a liquid substantially consisting of an azeotropic mixture of methanol and toluene, and the mixture of methanol and toluene is recovered by distillation from the liquid from which the precipitated polymer has been separated.

⑤Int. Cl.  
C 08g

⑥日本分類  
26 D 0  
25 H 6

日本国特許庁

⑦特許出願公告

昭45-35070

⑧特許公報

⑨公告 昭和45年(1970)11月10日

発明の数 1

(全3頁)

1

⑩ポリアリーレン・エーテルをそのトルエン溶液から分離する方法

⑪特 願 昭40-69988

⑫出 願 昭40.(1965)11月16日 5

優先権主張 ⑬1964年11月19日⑭オランダ国⑮6418440

⑯発 明 者 ジアン・エイ・メイジス

オランダ国アルンヘム・バン・ヘムストララン108

同 フランシス・アイ・エム・バン・ハーレン

オランダ国ベルブ・ソートガンシ

⑰出 願 人 ナームルーズ・ベンノットシヤツ 15

ブ・オンデルツエキングス・イン

スチテユウト・レサーチ

オランダ国アルンヘム・ベルバア

ウエグ76

代 表 者 ジエイ・オステルマン 20

同 アール・ツウインジグ

代 理 人 弁理士 金丸義男 外2名

図面の簡単な説明

図面は本発明の方法を実施するに適する装置の 25 図解図である。

発明の詳細な説明

本発明はポリアリーレン・エーテルをそのトルエン溶液から分離する方法に関し、さらに詳しく言えば、ポリアリーレン・エーテルのトルエン溶 30 液は沈澱剤を加え、得られたポリアリーレン・エーテルの沈澱を液体から分離させ、その後、沈澱されたポリアリーレン・エーテルを分離し去つた液から再使用のために沈澱剤を回収することから成るポリアリーレン・エーテルの分離法に関する。 35

殆んど多くの場合、ポリアリーレン・エーテルは溶液の形で得られる。この重合体はこれの溶液

2

へ沈澱剤を加えることにより一般に該溶液から分離される。

ポリアリーレン・エーテルの製造法は例えば英国特許第930993号明細書に記載され、こゝでは多数のポリアリーレン・エーテル類が挙げられ、また溶剤としては就中、トルエンを記載しており、さらに沈澱剤の1つとしてメタノールを挙げている。

工業的規模でポリアリーレン・エーテルを製造するに当つて、技術的、経済的な理由からトルエンを溶剤として且つメタノールを沈澱剤として用いるのが有利である。

沈澱された重合体を分離し去つた液から沈澱剤を回収するのはその場合、相当に費用がかかる。何故ならば、実質的にトルエンからなる1つの相と、水-メタノール混合物から実質的に成る別の相との2相系を得るためには、トルエンとメタノールとの混合物に対して先づ水を加え、次いで蒸留により第1の相から純トルエンを且つ第2の相から純メタノールを回収し、これを沈澱剤として再使用する必要があるからである。特にメタノールと水との混合物からメタノールを回収するのは、高いエネルギー費を要する。

本発明によると、従来法に比して遙るかに簡単に且つ経済的な手段でトルエン溶液からのポリアリーレン・エーテルの分離及びこれに次ぐ沈澱剤液体の回収を行い得るものである。

本発明の方法は、ポリアリーレン・エーテルをこのトルエン溶液から分離するに当つて、用いる沈澱剤が共沸組成のメタノール/トルエン混合物であり、しかも沈澱された重合体を分離し去つた液から該メタノール/トルエン混合物を蒸留で回収することを特徴とする。

本発明の方法の利点は第1に水からのメタノールの分離、即ち比較的に費用の高いこの分離がもはや必要でないことである。

さらに別の大きな利点は、本発明の方法では特に容易に洗滌できる形で重合体を沈澱させること

3

である。このことによつて洗滌工程が簡単になり且つ費用が安くなる。単位重量当りの重合体の洗滌に要する洗滌液が少なくて済むからである。

沈澱された重合体を分離し去つた後（この液はメタノールとトルエンとから実質的に成る）を蒸留にかけると、共沸組成のメタノール/トルエン混合物が留去し、遂には、メタノールを含まない液が残る。このメタノールを含まない液は簡単に蒸留することができ、純トルエンが回収され、これは例えば酸化的重合法で反応媒質として使用

できる。沈澱された重合体は一般には洗滌されるものであるが、この洗滌には本発明の方法ではメタノール含有液を用いるのが好まれる。この洗滌液は、使用後は、重合体を分離し去つた液に加えられ、得られた混合物は蒸留にかけられる。この洗滌液としては、洗滌剤と同じ組成の液体を用いるのが好ましい。

本発明の方法を次に実施例によつて説明する。

#### 実施例

添付図面に示した装置でトルエンに溶解されたポリ(2, 6-ジメチルフエニレン・オキシド)をこの溶液から分離し、洗滌する。

図面に於いて、重合体溶液は供給管1で攪拌器をもつ沈澱器2に送り、こゝで供給管4を介して送られた沈澱剤と接触する。その結果、重合体は沈澱する。得られた懸濁液を排出管5を通して遠心分離器6に送り、こゝで沈澱を液から分離する。沈澱を排出部7を通して排出し、さらに洗滌槽8で洗滌する。洗滌液は補給槽9から管10により洗滌槽8に供給される。

洗滌された沈澱を洗滌槽8から管11により排出し、使用済みの洗滌液を管12を介して蒸留塔13に送る。遠心分離器6で分離された液は、これを管14を通して蒸留塔13に送る。蒸留塔13の上方の留出分はコンデンサー15及び管16を通して補給槽9に送る。

下方の留出分は、これを管17により排出し、蒸留後は再び重合体の溶剤として用いることができる。メタノールを管18を通して補給し、これにより、管11を通して重合体と一緒に装置系を去つたメタノール分を補償させる。

装置を連続に作動させたとき装置の種々な部分を通る生成物の組成を次の表に示す。管1を介して反応混合物を供給する。この反応混合物は、銅

4

一アミン酯化合物の存在下にトルエン溶液中で2, 6-ジメチルフエニレンを空気酸化して得られ、トルエンに溶解されたポリ(2, 6-ジメチルフエニレン・オキシド)と、触媒残渣と、副生成物（以後では不純物という）とを含む。

表中の数字は単位時間当りの重量部を示す。

管の 番号	実 験			
	重合体	トル エ ン	メタノール	不純物
1	8	100	—	8
4	—	31	69	—
5	8	131	69	8
7	8	5	3	0.1
14	—	126	66	2.9
10	—	19	42.3	—
11	8	5	3	—
12	—	19	45.3	0.1
16	—	50	111.3	—
17	—	95	—	3
18	—	—	8	—

本発明は前記の例に限定されず、種々な変更が本発明の範囲内で可能である。例えば沈澱は種々な容器で行うことができ、先に示した以外の他の割合量を選ぶこともでき、また洗滌工程で用いる洗滌液も前記のものとなつてよい。本発明の必須要件は、沈澱剤として用いられる液体が重合体を分離し去つた液を蒸留する際に形成される共沸組成の混合物から実質的に成るものであることである。

後記の特許請求の範囲に記載の本発明の方法について、その好ましい実施の態様例を挙げると次の如くである。

沈澱された重合体をメタノール又はメタノールとトルエンとの混合物で洗滌し、その後、この洗滌液を重合体を分離し去つた液へ加え、こうして得られた混合液を蒸留に掛けること。

#### 特許請求の範囲

1 ポリアリーレン・エーテルのトルエン溶液に沈澱剤を加え、得られたポリアリーレン・エーテルの沈澱を液体から分離させ、その後、沈澱されたポリアリーレン・エーテルを分離し去つた液から再使用のために沈澱剤を回収することから成るポリアリーレン・エーテルの分離法に於いて、用いられる沈澱剤は、共沸組成のメタノール/トルエン混合物より実質的に成る液体であり、沈澱

5

6

された重合体を分離し去つた液から、該メタノール／トルエン混合物を蒸留で回収することを特徴

とする、トルエン溶液からポリアリーレン・エーテルを分離する方法。

